



⑮ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 100 45 585 A 1**

⑤① Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**A 61 L 2/14**

⑲ Aktenzeichen: 100 45 585.9  
⑳ Anmeldetag: 15. 9. 2000  
㉑ Offenlegungstag: 28. 3. 2002

DE 100 45 585 A 1

⑦① Anmelder:  
Rüdiger Haaga GmbH, 78727 Oberndorf, DE  
  
⑦④ Vertreter:  
Patentanwälte Ruff, Wilhelm, Beier, Dauster &  
Partner, 70174 Stuttgart

⑦② Erfinder:  
Frost, Robert, Dr., 84034 Landshut, DE; Awakowicz,  
Peter, Dr., 81371 München, DE

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

- ⑤④ Verfahren zum Sterilisieren und Depyrogenisieren gewaschener Behälter  
⑤⑦ Beschrieben wird ein Verfahren zum Sterilisieren und Depyrogenisieren gewaschener Behälter, wobei das Depyrogenisieren nach dem Sterilisieren in einem gesonderten Arbeitsgang durchgeführt wird. Vorzugsweise wird das Sterilisieren durch Aufkondensieren eines Wasserdampf und Wasserstoffperoxiddampf enthaltenden Dampfgemisches durchgeführt. Zum Depyrogenisieren wird vorzugsweise ein Niederdruckplasma verwendet. Vor dem Sterilisieren werden die Behälter von eventuell vorhandener Restfeuchtigkeit befreit, beispielsweise durch Mikrowelleneinstrahlung.

DE 100 45 585 A 1

**BEST AVAILABLE COPY**

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Sterilisieren und Depyrogenisieren gewaschener Behälter.

[0002] Sterilisieren ist das Freimachen eines Gegenstandes von vermehrungsfähigen Organismen. Dieser Forderung wird durch das Ablöten sämtlicher Mikroorganismen entsprochen. Hierunter fallen nicht nur die vegetativen Zellen, sondern auch die Dauerformen und insbesondere die besonders resistenten bakteriellen Endosporen.

[0003] Zu sterilisierende Behälter, die beispielsweise in der Pharmaindustrie oder bei der Getränkeabfüllung verwendet werden und die üblicherweise aus Glas oder Kunststoff bestehen, müssen vor dem Sterilisieren durch einen Waschgang gereinigt werden. Diese Behälter durchlaufen eine Waschmaschine, bevor sie, mit geringen Restwassermengen versehen, in die Sterilisationsanlage gelangen.

[0004] In dem Wasser, welches beim Waschen der Behälter auf deren Oberflächen aufgebracht wird, befinden sich stets bakterielle Endotoxine, so genannte Lipopolysaccharide. Diese sind Zellmembranbestandteile so genannter gramnegativer Bakterien und werden frei, wenn diese absterben und dabei in ihre Zellbestandteile zerfallen. Kommen die Lipopolysaccharide in die Blutbahn, so erzeugen sie Fieber. Die Lipopolysaccharide müssen daher inaktiviert werden, ein Vorgang, der allgemein als Depyrogenisieren bezeichnet wird.

[0005] Das Depyrogenisieren findet in der Praxis üblicherweise durch eine Behandlung bei trockener Hitze bei etwa 300°C statt. Da diese Temperatur sowie die Verweildauer auch für das Sterilisieren geeignet sind, wird das Sterilisieren und das Depyrogenisieren üblicherweise in einem gemeinsamen Arbeitsgang durchgeführt. Diese an sich rationelle Methode hat allerdings den Nachteil, dass für die zwei Verfahrensschritte nicht unbedingt die an sich optimalen Methoden eingesetzt werden. Dies gilt insbesondere dann, wenn es an sich wünschenswert wäre, Behälter, die beispielsweise aus Kunststoff bestehen, bei geringeren Temperaturen zu sterilisieren.

[0006] Der Erfindung liegt die Aufgabe zu Grunde, das Sterilisieren und Depyrogenisieren gewaschener Behälter variabler zu gestalten.

[0007] Die Aufgabe wird dadurch gelöst, dass das Depyrogenisieren nach dem Sterilisieren in einem gesonderten Arbeitsgang durchgeführt wird.

[0008] Die Trennung der beiden Arbeitsschritte entgegen der üblichen Gepflogenheit macht es möglich, für jeden der zwei Vorgänge die optimale Methode zu wählen. Insbesondere besteht dadurch nicht mehr der Zwang, das Sterilisieren bei hoher thermischer Belastung durchführen zu müssen.

[0009] In Ausgestaltung der Erfindung wird das Depyrogenisieren durch Plasmaeinwirkung durchgeführt, weil geeignete Plasmagase in der Lage sind, durch Elektronen- und Ionenbeschuss sowie durch chemische Reaktion die Lipopolysaccharide zu inaktivieren. Zum Zünden des Plasmas wird dabei ein Hochfrequenz-Generator zugeschaltet, dessen Hochfrequenzleistung sich induktiv oder kapazitiv einkoppeln lässt und der beispielsweise mit einer zugelassenen Frequenz von 13,56 MHz arbeitet.

[0010] Vorteilhaft wird zum Depyrogenisieren ein Niederdruckplasma verwendet. Dies hat den Vorteil, dass ein "kaltes" Plasma erzeugt werden kann, wodurch die zu depyrogenisierenden Behälter nicht oder nur gering thermisch belastet werden.

[0011] Als Plasmagas ist ein Gas zu verwenden, welches zum Depyrogenisieren in der Plasmaphase geeignet ist. Dies ist beispielsweise bei Sauerstoff der Fall, der in maximal möglicher Konzentration mit Ozon angereichert ist. Das

Gasgemisch muss jedoch vor dem Depyrogenisieren durch einen Sterilfilter geführt werden, da es sich ja von Haus aus nicht um ein steriles Gas handelt und da die zu depyrogenisierenden Behälter bereits durch den vorangegangenen Sterilisationsprozess keimfrei gemacht wurden und selbstverständlich nicht rekontaminiert werden dürfen. Gegebenenfalls kann ein Gasgemisch eingesetzt werden, welches mit einer weiteren Komponente die Wirkung des Ozon-Sauerstoff-Plasmas verstärkt.

[0012] Zum Vereinfachen der Apparatur kann zweckmäßig vorgesehen sein, dass das Sterilisieren und das Depyrogenisieren in zeitlichem Abstand in einer gemeinsamen Behandlungskammer durchgeführt wird. Dies ist allerdings kein zwingendes Erfordernis.

[0013] Durch das Trennen der Verfahrensschritte des Sterilisierens und des Depyrogenisierens kann nun das Sterilisieren, je nach Anwendungsfall, in optimaler Weise durchgeführt werden, beispielsweise durch Aufkondensieren eines Wasserdampf und Wasserstoffperoxyddampf enthaltenden Dampfgemisches auf die Oberflächen der Behälter. Beim Sterilisieren unter Verwendung von Wasserstoffperoxid, welches immer in wässriger Lösung vorliegt, erfolgt das eigentliche Keimabtöten rein chemisch, durch die Einwirkung "aktivierten" Wasserstoffperoxyds. Der hierbei gebrauchte Begriff "aktivieren" ist undefiniert, doch findet durch geeignete Wärmezufuhr am Wasserstoffperoxid eine chemische und/oder physikalische Veränderung statt, die letztlich die Keimabtötung bewirkt. Ein solches "Aktivieren" des Wasserstoffperoxyds findet bei einer Kondensation statt, also genau dann, wenn es zum Sterilisieren tatsächlich gebraucht wird.

[0014] In Ausgestaltung der Erfindung wird das Dampfgemisch in einem Verdampfer erzeugt und anschließend in eine Behandlungskammer geleitet, deren Kammerdruck deutlich unter dem Dampfdruck des Dampfgemisches liegt. Auf Grund des Unterdruckes in der Behandlungskammer gelangt das aufzukondensierende Dampfgemisch auch ohne irgendein Trägergasmedium an sämtliche zu sterilisierenden Oberflächen und benetzt diese mit einem dünnen homogenen Flüssigkeitsfilm. Hierfür reicht bereits ein mikroskopisch dünner, mit dem bloßen Auge nahezu nicht sichtbarer Kondensatbelag aus.

[0015] Das auf die zu sterilisierenden Oberflächen der Behälter aufkondensierte Dampfgemisch kann durch Evakuieren auf einen Druck unterhalb der Siedepunkte von Wasser und Wasserstoffperoxid leicht aus der Behandlungskammer entfernt werden. Es ist somit weder ein nachträgliches Reinigen noch ein nachträgliches Erhitzen zum Verdampfen des Kondensats erforderlich.

[0016] Restwassermengen, die, wie eingangs erwähnt, auf Grund des Waschvorganges an den Behältern haften bleiben können, behindern unter Umständen eine effektive Sterilisation, da das Kondensat nicht schnell genug oder unter Umständen gar nicht an die zu entkeimenden Oberflächen oder die in der Flüssigkeit enthaltenen Keime gelangen kann. Es ist daher in weiterer Ausgestaltung der Erfindung vorgesehen, dass die gewaschenen Behälter vor dem Sterilisieren von eventuell vorhandener Restfeuchtigkeit befreit werden. Dadurch werden die zu sterilisierenden Oberflächen der Behälter in einen Zustand versetzt, der ein wirkungsvolles Sterilisieren durch Aufkondensieren des aus Wasser und Wasserstoffperoxid bestehenden Dampfgemisches möglich macht.

[0017] Besonders vorteilhaft ist es, wenn das Befreien von der Restfeuchtigkeit durch ein Trocknen mittels Mikrowelleneinstrahlung durchgeführt wird. Damit die vorhandene Mikrowellenenergie effektiv ausgenutzt wird, wird dabei die Kammer, in welcher die Mikrowelleneinstrahlung ge-

schicht, evakuiert. Dadurch kann das zu verdampfende Wasser beispielsweise bei einer Temperatur von 60°C bereits seinen Siedepunkt erreichen. Dabei ist es möglich, das Befreien von der Restfeuchtigkeit in der gleichen Behandlungskammer durchzuführen, in welcher das Sterilisieren stattfindet. Das macht die Apparatur einfacher, beispielsweise dadurch, dass ein und dieselbe Vakuumpumpe für die unterschiedlichen Verfahrensschritte benutzt werden kann. [0018] Gleichgültig, ob man mit einer oder mehreren Behandlungskammern arbeitet, sind die von der Anmelderin als am vorteilhaftesten angesehenen Verfahrensschritte in Kombination ein Befreien der Behälter von Restfeuchtigkeit durch Mikrowelleneinstrahlung, ein Sterilisieren durch Aufkondensieren eines Wasserdampf und Wasserstoffperoxyddampf enthaltenden Dampfgemisches auf die Oberflächen der Behälter sowie ein Depyrogenisieren mittels eines Niederdruckplasmas.

[0019] Weitere Vorteile und Merkmale der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung einiger Ausführungsbeispiele.

[0020] Es zeigen:

[0021] Fig. 1 ein Blockschaubild zum Erläutern der erfindungsgemäßen Verfahrensschritte,

[0022] Fig. 2 in schematischer Darstellung ein bevorzugtes Ausführungsbeispiel der Erfindung.

[0023] Gemäß der schematischen Darstellung nach Fig. 1 durchlaufen die Behälter 1 eine Waschmaschine 2, eine Trocknungskammer 3, eine Sterilisationskammer 4, eine Depyrogenisierungskammer 5 sowie nachfolgend eine Füllstation 6 und eine Verschleißstation 7. Das Sterilisieren in der Sterilisationskammer 4 und das Depyrogenisieren in der Depyrogenisierungskammer 5 findet erfindungsgemäß in gesonderten Arbeitsschritten statt.

[0024] Wie durch Pfeile angedeutet, wird das Trocknen durch Mikrowelleneinstrahlung 8, das Sterilisieren durch Reaktionsgaszuführung 9 sowie das Depyrogenisieren durch Plasmagazuführung 10 unterstützt. Als Reaktionsgas für das Sterilisieren kann ein Dampfgemisch aus Wasserdampf und Wasserstoffperoxyddampf verwendet werden.

[0025] Die Trocknungskammer 3, die Sterilisationskammer 4 und die Depyrogenisierungskammer 5 sind über einen gemeinsamen Unterdruckanschluss 11 an eine nicht dargestellte Vakuumpumpe angeschlossen.

[0026] Wie durch ein strichpunktiertes Rechteck angedeutet, können die Trocknungskammer 3, die Sterilisationskammer 4 und die Depyrogenisierungskammer 5 alternativ zu einer gemeinsamen Behandlungskammer 12 zusammengefasst werden, wobei jedoch die Verfahrensschritte des Trocknens, des Sterilisierens und des Depyrogenisierens in zeitlichen Abständen zueinander durchgeführt werden.

[0027] In Fig. 2 ist schematisch eine derartige gemeinsame Behandlungskammer 12, welche geerdet ist, dargestellt. Man erkennt die bereits gewaschenen Behälter 1, die beispielsweise aus Glas oder Kunststoff bestehen und von der eine Vielzahl in der Behandlungskammer 12 angeordnet ist. Die Transportrichtung durch die Behandlungskammer 12 verläuft vom Betrachter auf die Zeichnungsebene zu, wobei die Behandlungskammer 12 mit nicht dargestellten Einlauf und Auslauföffnungen und entsprechenden Schleusen versehen ist.

[0028] Die einzelnen Behälter 1 sind in der Behandlungskammer 12 auf einem Gitterrost 13 abgestellt. Über eine Unterdruckleitung 14 und ein Ventil 16 ist die Behandlungskammer 12 an eine Vakuumpumpe 15 angeschlossen. Diese kann für ein Vakuum bis unter einem Pa ausgelegt sein.

[0029] In einem ersten Verfahrensschritt werden die Behälter 1 von etwaiger Restfeuchtigkeit durch einen Trocknungsvorgang befreit. Hierfür dient ein Mikrowellengenera-

tor 17, der mit beispielsweise 2,45 GHz oder einer anderen geeigneten Frequenz arbeitet. Die Leistung der Mikrowelle wird im vorliegenden Falle, als Beispiel, über einen Hohlleiter 18 eingestrahlt. Im Bereich der Behandlungskammer 12 ist der im Querschnitt rechteckförmige Hohlleiter 18 zu einer Antenne 19 aufgeweitet, die zur Behandlungskammer 12 hin durch ein beispielsweise aus Quarzglas bestehendes, mikrowellentransparentes Fenster 20 abgeschlossen ist. Das Fenster 20 muss mechanisch sehr stabil sein, da in der Behandlungskammer 12 Unterdruck, in der Antenne 19 und dem Hohlleiter 18 jedoch Atmosphärendruck herrscht.

[0030] Zum Anpassen der Impedanz der beladenen Behandlungskammer 12 an den Wellenwiderstand des Hohlleiters 18 ist ein Impedanzwandler 21 vorgesehen, beispielsweise ein Drei-Schrauben-Transformator. Zum Schutz des Mikrowellengenerators 17 bei dennoch vorhandener Fehlanpassung ist zwischen dem Impedanzwandler 21 und dem Mikrowellengenerator 17 ein so genannter Isolator 22 angebracht, der die reflektierte Welle beispielsweise in eine Wasserlast abzweigt, d. h. in einen wassergekühlten Widerstand, der denselben Wellenwiderstand besitzt wie der Hohlleiter 18.

[0031] Bei Einstrahlung der das Trocknen bewirkenden Mikrowelle in die Behandlungskammer 12 können stehende Wellen entstehen. Daraus resultieren Orte, an denen die Feldstärke und damit der Leistungseintrag im zeitlichen Mittel einen maximalen Wert erreicht, aber auch Orte, an denen der Leistungseintrag im zeitlichen Mittel annähernd Null ist. Behälter 1, die sich während des Trocknungsvorganges an solchen Knotenpunkten befinden, lassen sich durch ein Bewegen des Gitterrostes 13 in Bereiche bringen, in denen ein Leistungseintrag stattfindet. Da die Wellenlänge etwa 12 cm beträgt, ist der Abstand zwischen zwei Knotenpunkten etwa 6 cm. Optimal wäre daher eine Verschiebung der Behälter 1 während der Trocknungsdauer um 6 cm in jeder Raumrichtung. Zwecks Annäherung an diesen Idealzustand sind daher dem Gitterrost 13 Antriebsachsen 23 und 24 zugeordnet, die über Winkelhebel 25 mit dem Gitterrost 13 verbunden sind. Die Winkelhebel 24 führen entsprechend der Richtung der Doppelpfeile eine changierende Kreisbewegung aus, wobei die Antriebsachsen 23 und 24 gegebenenfalls zusätzlich in ihrer axialen Richtung changieren können.

[0032] Nach dem Abschalten des Mikrowellengenerators 17 findet mit dem anschließenden Sterilisieren der Behälter 1 der nächste Verfahrensschritt statt. Hierfür wird zunächst ein Dampfgemisch aus Wasserdampf und Wasserstoffperoxyddampf erzeugt, wobei im Grunde unerheblich ist, ob es sich beim jeweiligen Dampf um Nassdampf oder Heißdampf handelt. Der Verdampfer bzw. Vergaser, dessen Bauart im Grunde beliebig ist, ist mit der Bezugsziffer 26 versehen. Dem Verdampfer 26 wird über eine Zuleitung 27 und ein Ventil 28 in Pfeilrichtung eine wässrige Lösung von Wasserstoffperoxyd mit der gewünschten Konzentration zugeführt. Der Verdampfer 26 ist der Behandlungskammer 12 vorgeordnet, in welcher sich die zu sterilisierenden und inzwischen getrockneten Behälter 1 befinden.

[0033] Wie schon bei der Mikrowellentrocknung, wird auch für das Sterilisieren die Behandlungskammer 12 in gewünschter Weise evakuiert. Anschließend wird die Behandlungskammer 12 durch Schließen eines Ventils 16 von der Vakuumpumpe 15 isoliert, so dass nicht mehr gesaugt wird.

[0034] Durch Öffnen eines Ventils 29 wird nun dafür Sorge getragen, dass das im Verdampfer 26 befindliche Dampfgemisch über die Leitung 30 in die Behandlungskammer 12 gelangt, vorzugsweise durch adiabatische Expansion. Der Druck im Verdampfer 26 muss demzufolge höher sein als der Kammerdruck in der Behandlungskammer 12.

Während der Expansion vergrößert sich das vom Dampfge-  
misch eingenommene Volumen, wodurch das Dampfge-  
misch deutlich unter den Taupunkt abkühlt und an allen ihm  
zugänglichen Oberflächen der Behälter 1 sowie des Gitter-  
rosts 13 und der Innenwandungen der Behandlungskam-  
mer 12 kondensiert. Dabei steigt der Druck in der Behand-  
lungskammer 12 wieder an. Nach einer vorgegebenen Zeit  
wird mit Hilfe der Vakuumpumpe 15 das Kondensat abge-  
zogen und die Behandlungskammer 12 über eine Zuleitung  
31 und ein Ventil 32 mit sterilem Spülgas belüftet.

[0035] In einem weiteren Arbeitsschritt findet anschlie-  
ßend das Depyrogenisieren statt. Dies geschieht mit Hilfe  
eines Niederdruckplasmas bei ebenfalls evakuierter Be-  
handlungskammer 12.

[0036] Über eine Zuleitung 33 kann in die evakuierte Be-  
handlungskammer 12 zu ionisierendes Plasmagas einge-  
führt werden, vorzugsweise mit Ozon angereicherter Sauer-  
stoff. Den Zustrom des Plasmagases regelt ein Drosselventil  
34. Für das Plasmagas selbst ist ein Gasbehälter 35 vorgese-  
hen. Damit die bereits sterilisierten Behälter 1 nicht rekonta-  
miniert werden, ist die Zuleitung 33 über ein Sterilfilter 36  
an die Behandlungskammer 12 angeschlossen.

[0037] Dem Zünden des für die Depyrogenisierung benö-  
tigten Niederdruckplasmas dient ein Hochfrequenz-Genera-  
tor 37 von beispielsweise 13,56 MHz oder einer anderen zu-  
gelassenen Frequenz. Der Hochfrequenz-Generator 37 er-  
zeugt eine Wechselspannung, welche durch ein Anpassnetz-  
werk 38, eine so genannte Matchbox, an das zu bildende  
Plasma übertragen wird. Das Anpassnetzwerk 38 dient dem  
Zweck, die Impedanz der Last an den Wellenwiderstand des  
Hochfrequenz-Generators 37 anzupassen. Innerhalb der Be-  
handlungskammer 12 befinden sich zwei gleichartige Elek-  
troden 39 und 40.

[0038] Es ist wichtig, dass die als Platten ausgebildeten  
Elektroden 39 und 40 gegen das Plasma elektrisch isoliert  
sind, was beispielsweise durch eine Beschichtung gesche-  
hen kann, die der Plasmaeinwirkung standhält. Diese Isolie-  
rung sorgt dafür, dass im zeitlichen Mittel über die Elektro-  
den 39 und 40 kein Gleichstrom fließen kann, der in der  
Elektrodenrandschicht einen ohmschen Verlust zur Folge  
hätte. Vorzugsweise sollte keine der beiden Elektroden 39  
und 40 auf dem gleichen elektrischen Potential liegen wie  
die metallische Behandlungskammer 12. Es sollte vielmehr  
ein symmetrischer Aufbau gewählt werden, bei welchem  
beiden Elektroden 39 und 40 über einen im Anpassnetzwerk  
38 enthaltenen Übertrager galvanisch vom Massepotential  
getrennt werden. Beide Elektroden 39 und 40 sind dann ge-  
genüber dem Potential der metallischen Wand der Behand-  
lungskammer 12 gleichberechtigt, was sich in einer weitge-  
hend symmetrischen Plasmageometrie ausdrückt.

gemacht wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, da-  
durch gekennzeichnet, dass das Sterilisieren und das  
Depyrogenisieren in zeitlichem Abstand in einer ge-  
meinsamen Behandlungskammer durchgeführt wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, da-  
durch gekennzeichnet, dass das Sterilisieren durch  
Aufkondensieren eines Wasserdampf und Wasserstoff-  
peroxiddampf enthaltenden Dampfgemisches auf die  
Oberflächen der Behälter durchgeführt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeich-  
net, dass das Dampfgemisch in einem Verdampfer er-  
zeugt und anschließend ohne Transportgasstrom in  
eine Behandlungskammer geleitet wird, deren Kam-  
merdruck deutlich unter dem Dampfdruck des Dampf-  
gemisches im Verdampfer liegt.

9. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekenn-  
zeichnet, dass das aufkondensierte Dampfgemisch  
durch Evakuieren auf einen Druck unterhalb der Siede-  
punkte von Wasser und Wasserstoffperoxid aus der Be-  
handlungskammer entfernt wird.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, da-  
durch gekennzeichnet, dass die gewaschenen Behälter  
vor dem Sterilisieren von eventuell vorhandener Rest-  
feuchtigkeit befreit werden.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekenn-  
zeichnet, dass das Befreien von der Restfeuchtigkeit  
durch Mikrowelleneinstrahlung durchgeführt wird.

12. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch ge-  
kennzeichnet, dass das Befreien von der Restfeuchtig-  
keit in der gleichen Behandlungskammer durchgeführt  
wird, in welcher das Sterilisieren stattfindet.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

#### Patentansprüche

1. Verfahren zum Sterilisieren und Depyrogenisieren  
gewaschener Behälter, **dadurch gekennzeichnet**, dass  
das Depyrogenisieren nach dem Sterilisieren in einem  
gesonderten Arbeitsgang durchgeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeich-  
net, dass das Depyrogenisieren durch Plasmaeinwir-  
kung durchgeführt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeich-  
net, dass zum Depyrogenisieren ein Niederdruck-  
plasma verwendet wird.

4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekenn-  
zeichnet, dass zum Erzeugen des Plasmas ein Ozon  
enthaltendes Gasgemisch verwendet wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeich-  
net, dass das Gasgemisch durch ein Sterilfilter keimfrei

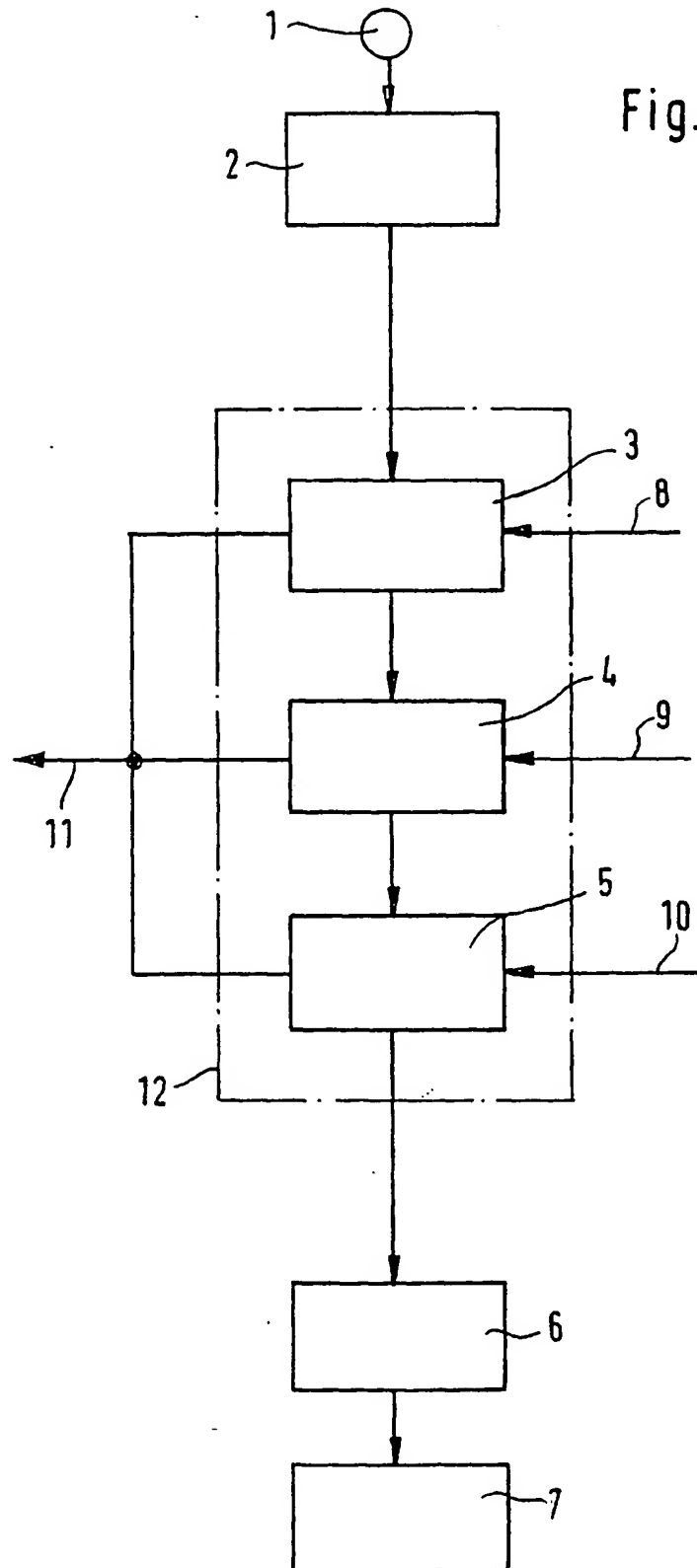
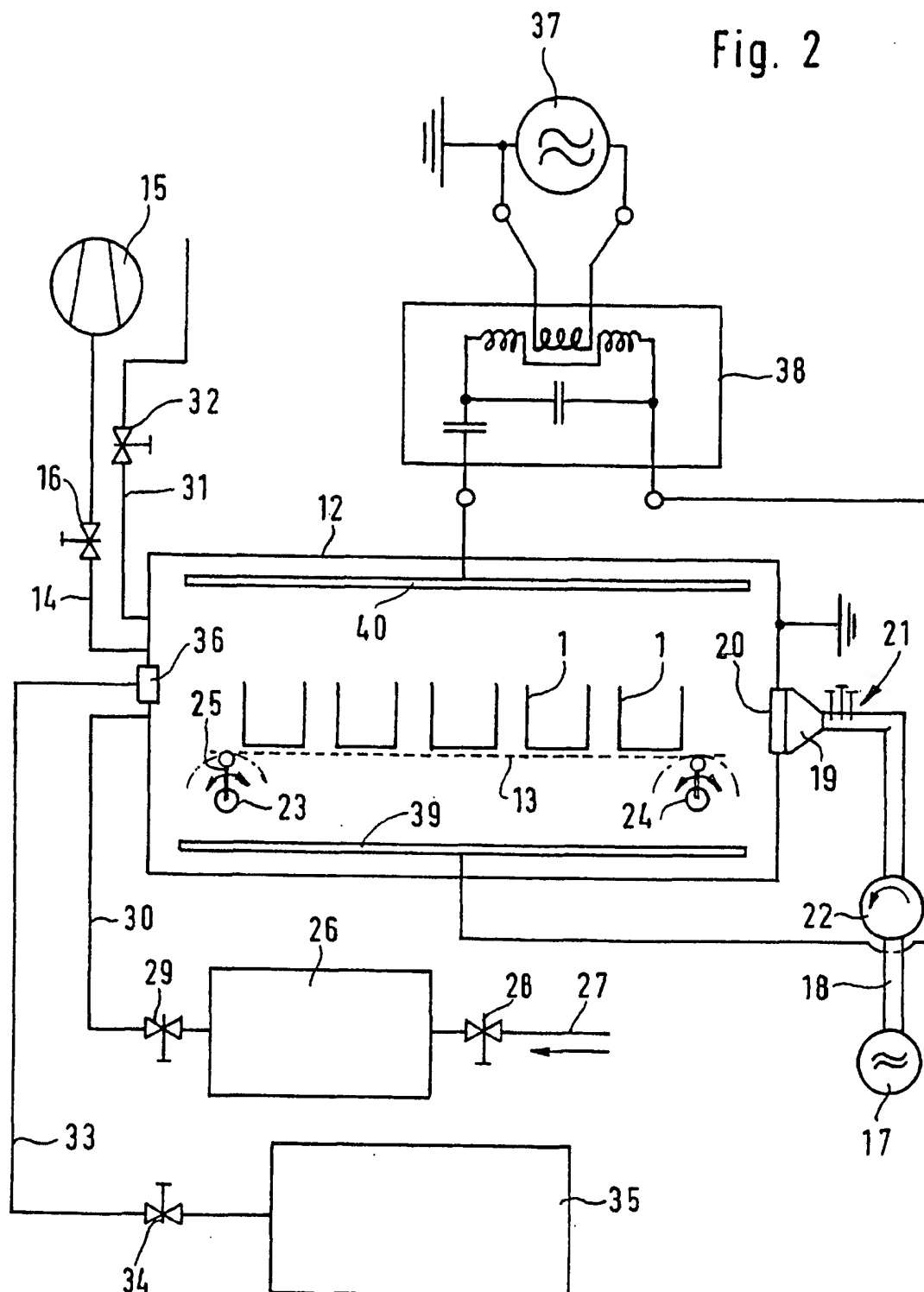


Fig. 2



**BEST AVAILABLE COPY**